## RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

## INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

1) N° de publication : (A n'utiliser que pour les commandes de reproduction). 2 239 167

PARIS

A6

## CERTIFICAT D'ADDITION

21)

N° 73 27427

Se référant : au brevet d'invention n. 1.514.348 du 12 janvier 1967.

**54**) Machine pour l'exécution d'analyses de laboratoire. (51) Classification internationale (Int. Cl.2). G 01 N 1/28; A 61 B 5/00; G 01 N 31/22. Date de dépôt ..... 26 juillet 1973, à 15 h 16 mn. Priorité revendiquée : 47) Date de la mise à la disposition du public du certificat d'addition... B.O.P.I. - «Listes» n. 8 du 21-2-1975. (71) Déposant : MINISTERE DE L'AGRICULTURE, SERVICE VÉTÉRINAIRE, résidant en France. 72 Invention de : Laurent Vaills, Louis Andral et Jean-Jacques Quesnel. 73) Titulaire : Idem (74) Mandataire:

Certificat(s) d'addition antérieur(s) :

\* La présente publication n'a pas été précédée d'une publication de la demande correspondante

La présente invention concerne une machine pour l'exécution d'analyses de laboratoire, et fait l'objet du premier certificat d'addition au brevet français n° l 514 348 du 12 Janvier 1967.

Une machine conforme au brevet principal est destinée à mélanger des fluides dans des éprouvettes contenant des échantillons à analyser; elle comporte des seringues de délivrance des fluides munies d'un piston à commande pneumatique, tandis que les éprouvettes sont disposées sur des supports soumis à une commande d'entraînement pas à pas, dont le pas correspond à l'intervalle entre éprouvettes; ainsi les éprouvettes défilent et s'arrêtent en regard des seringues, la commande pneumatique des seringues étant synchronisée avec ladite commande pas à pas.

Les supports d'éprouvettes sont des plaques verticales s'engageant à leur base dans un chemin de transfert ménagé sous les seringues disposées verticalement. Chaque plaque présente des trous coopérant avec des tétons appartenant à une courroie soumise à la commande d'entraînement pas à pas.

La commande pas à pas est de préférence à roue motrice dentée coopérant avec la courroie précitée crantée intérieurement, la roue motrice étant liée à un arbre entraîné par un accouplement unidirectionnel soumis à un mouvement angulaire alternatif dont la période correspond à un pas. L'arbre porte une roue à rochet avec cliquet servant à assurer l'arrêt de la courroie à chaque pas de la commande. L'accouplement unidirectionnel est actionné par un mécanisme biellemanivelle à arbre rotatif entraînant également des cames de commande de contacts électriques placés sur des circuits de commande d'électro-vannes assurant l'actionnement pneumatique des seringues, lesdits circuits pouvant être rendus opérants au moyen de contacts de présence d'un support d'éprouvettes placés sur le chemin 25 de transfert.

Le chemin de transfert est alimenté en plaques supports d'éprouvettes à l'aide d'un panier guidé transversalement à ce chemin et portant les plaques disposées en rangées parallèles. Le panier a une commande d'entrainement discontinue assurant la présentation des plaques à l'entrée du chemin, la réception des plaques à la sortie étant de préférence prévue sur un panier analogue et à entraînement discontinu.

La commande d'entraînement de chaque panier est réalisée à l'side d'une courroie portant des tétons entraîneurs s'engageant dans les trous ménagés au fond de ce panier.

35 Les supports d'éprouvettes sont avantageusement des plaques présentant des découpes de réception des éprouvettes, dans lesquelles ces dernières sont maintenues à l'aide d'anneaux fendus s'engageant élastiquement dans des encoches desdites découpes.

La machine selon le brevet principal est destinée à effectuer plusieurs 40 tests sur chaque échantillon à analyser, une série d'éprouvettes disposées à la suite l'une de l'autre dans une plaque support étant attribuée à cet échantillon. Les différents réactifs nécessaires aux tests sont introduits dans les éprouvettes à l'aide des seringues de délivrance de fluides mentionnées plus haut.

Par ailleurs, certaines analyses devant être effectuées sur diverses quanti
5 tés d'échantillon, il est nécessaire d'effectuer un prélèvement de l'échantillon contenu dans la première éprouvette de la série, de le reporter dans la seconde, d'effectuer à nouveau l'opération entre la seconde et la troisième éprouvette etc... Afin d'opérer dans des conditions satisfaisantes et de réduire au minimum les risques d'érreur dans les diagnostics, il est indispensable de réaliser avec une précision au moins de l'ordre de 1%, d'une part les prélèvements et les dilutions de l'échantillon initial et d'autre part les mélanges avec les réactifs.

Dans le brevet principal, on a proposé de réaliser les dilutions à l'aide de deux seringues couplées, rendues mobiles verticalement à l'aide de pistons commandés pneumatiquement, montées dans un même support pivotant. Ainsi, les deux seringues de dilution sont alternativement amenées à chaque changement de série d'éprouvettes, c'est-à-dire à chaque changement d'échantillon, l'une en position de dilution, et l'autre en une position de rinçage. Autrement dit, l'une des deux seringues plonge successivement dans toutes les éprouvettes d'une même série, tandis que l'autre plonge dans un bac de rinçage.

La présente invention a pour but de perfectionner la machine du brevet principal afin d'améliorer la précision des opérations de dilution entre les éprouvettes d'une même série, et la précision des opérations de mélanges avec les réactifs.

La présente invention a pour objet une machine pour l'exécution d'analyses de laboratoire comportant :

- une pluralité d'éprouvettes groupées en séries, chaque série correspondant à un échantillon à analyser, lesdites éprouvettes étant disposées sur des supports soumis à une commande d'entraînement pas à pas, dont le pas correspond à l'intervalle entre éprouvettes,
- une pluralité de seringues de délivrance de fluides ayant un piston à commande pneumatique, en regard desquelles défilent lesdites éprouvettes, la commande pneumatique des seringues étant synchronisée avec la commande pas à pas,
   des moyens de dilution pour transférer le contenu d'une éprouvette dans l'éprouvette suivante,
- caractérisée en ce que lesdits moyens de dilution comprennent un barillet supportant une pluralité de pipettes montées mobiles verticalement, et associées chacune à une pompe, la rotation du barillet, le mouvement des pipettes et la commande des pompes, étant synchronisés avec ladite commande pas à pas de manière à maintenir une pipette au-dessus du chemin de transfert des éprouvettes unique-40 ment pendant le passage de deux éprouvettes successives d'une même série, et de

5

1.

manière à positionner ensuite ladite pipette successivement au niveau d'un poste de vidange, d'au moins un poste de lavage, et d'au moins un poste de séchage.

Chaque dilution est ainsi réalisée par une pipette propre et sèche, prélevant et délivrant un volume de liquide parfaitement calibré.

Selon un mode de réalisation préférentiel, le barillet et les seringues de délivrance de fluides sont disposés de part et d'autre du chemin de transfert des éprouvettes ; les seringues sont avantageusement inclinées le piston à commande pneumatique vers le bas, et l'aiguille, reliée par un tuyau souple au corps de la seringue étant maintenue au dessus du chemin de transfert par tout 10 moyen approprié. Une telle disposition, avantageuse par son faible encombrement, permet l'éjection des bulles de dégazage, évite l'accumulation de ces bulles dans la seringue et permet ainsi la délivrance de quantités de fluides parfaitement calibrées.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours 15 de la description d'un exemple de réalisation de machine selon l'invention utilisant des séries de cinq éprouvettes pour analyser des échantillons et un barillet comportant dix pipettes de dilution. On se réfèrera au dessin annexé donné à titre illustratif mais nullement limitatif et dans lequel :

- la figure I est une vue partielle en perspective d'une machine selon l'inven-20 tion;
  - la figure 2 est une vue schématique en coupe du barillet appartenant à la machine selon l'invention, le plan de coupe étant orthogonal au chemin de transfert des plaques supportant les éprouvettes;
- la figure 3 est une vue de dessus schématique du barillet de la figure 2 25 associé aux postes de vidange, de lavage et de séchage des pipettes; - la figure 4 est une vue schématique en coupe longitudinale d'une pipette appartenant à un dispositif selon l'invention.

Comme illustré schématiquement sur la figure 1, la machine selon l'invention est munie d'un panier d'alimentation ! portant une pluralité de plaques 2 paral-30 lèles entre elles, supportant chacune des éprouvettes 10, groupées en séries de cinq, chaque série correspondant à un échantillon à analyser. haque plaque 2 est amenée grâce à un système mécanique de commande pas à pas dans un chemin de transfert 4 au niveau duquel sont réalisées les différentes réactions sur l'échantillon à tester; une fois les réactions faites, la plaque 2 parvient dans un 35 chassis de réception 3 analogue au chassis d'alimentation l.

La plaque 2 illustrée sur la figure dans le chemin de transfert 4 supporte notamment une série de cinq éprouvettes 11, 12, 13, 14, 15, 1'échantillon à tester étant initialement déposé dans le premier tube de la série, c'est-à-dire le tube 11.

40 D'un côté du chemin de transfert sont disposées des seringues 31 à 37 incli-

. . . . . . . . . . . .

nées de façon que leurs pistons à commande pneumatique soient à un niveau inférieur à celui de leurs corps, l'aiguille de chaque seringue étant reliée par un tube souple au corps correspondant (voir par exemple l'aiguille 38 de la seringue 31).

5 Les corps des différentes seringues sont reliés à des récipients non illustrés. Les aiguilles des seringues 31 à 37 sont maintenues au-dessus du chemin de transfert 4, à 1'aide de supports 5 et 6.

La commande pneumatique des pistons des seringues est synchronisée avec la commande pas à pas de la plaque 2 dans le chemin 4.

La position des seringues telle que définie ci-dessus permet l'éjection des bulles de dégazage qui risqueraient de s'accumuler dans ces seringues, les quantités de fluide introduites dans les différentes éprouvettes étant donc parfaitement qualibrées.

De l'autre côté du chemin de transfert 4 par rapport aux seringues 31 à 35 15 est disposé un barillet comportant deux plateaux 60 et 61, supportant respectivement 10 pipettes 40 à 49 disposées verticalement et les pompes 50 à 59 qui leur sont associées.

La structure du barillet est illustrée plus en détail par la figure 2. Sur cette figure on a représenté en coupe transversale le support fixe 64 du barillet 20 sur lequel est fixé un axe verticale fixe 65. Les deux pipettes diamètralement opposées 43 et 48 sont solidaires du plateau 60 et d'un axe 63 colinéaire à l'axe 65, l'ensemble étant susceptible d'être animé par tout moyen approprié d'un mouvement de translation verticale, schématisé par la flèche 66, et d'un mouvement de rotation schématisé par la flèche 68, le moteur commandant la 25 rotation 68 étant synchronisé avec le moteur de commande pas à pas des plaques 2. La synchronisation des mouvements est telle que la pipette 43 est maintenue au-dessus du chemin de transfert 4 uniquement pendant le passage de l'éprouvette 11 et de l'éprouvette suivante 12.

Comme illustré sur la figure 2, le plateau 60 est solidaire du plateau 61 30 par l'intermédiaire d'une tige 67 fixée au plateau 60 et pouvant coulisser librement dans le plateau 61 sur lequel sont fixées les pompes 53 et 58 associées respectivement aux pipettes 43 et 48. La présence de la tige 67 fait que la rotation 68 du plateau 60 entraîne la rotation simultanée du plateau 61 autour de l'axe 65, tandis que la translation 66 de l'axe 63 et du plateau 60 est indépendante du plateau 61 et de l'axe 65.

Les pompes 53 et 58 comprennent respectivement des pistons 83 et 88 coopérant avec des ressorts 73 et 78. Les extrémités des pistons viennent au contact de butées 93 et 98, rendues mobiles verticalement par tout moyen approprié en synchronisation avec les mouvements du plateau 60.

40 Sur la figure 3 on a illustré schématiquement la répartition régulière des

pipettes 40 à 49 sur le plateau 60. Sous les différentes pipettes sont disposées des postes de vidange de lavage et de séchage de ces pipettes. A titre d'exemple lorsque la pipette 43 se situe au dessus de l'éprouvette !!:

- la pipette 42 se trouve au-dessus d'un poste de vidange 100 associé à un poste 5 de séchage 101;
  - les pipettes 41, 40, 49, 48, 47, et 46 sont respectivement disposées au niveau des postes de lavage 102,103, 104, 105, 106, 107 constitués par des récipients contenant des produits de lavage pouvant être différents et présentant des niveaux différents;
- 10 les pipettes 45 et 44 sont associées à des postes de vidange 108 et 110 coopérant avec des postes de séchage 109 et 111.

Un dispositif selon l'invention fonctionne de la façon suivante :
Lorsque l'éprouvette II contenant l'échantillon parvient dans la zone de travail du chemin de transfert en regard de la pipette 43 parfaitement propre et sèche,
15 un contact de présence de l'éprouvette 11 placé sur le chemin de transfert commande la translation 66 de haut en bas de façon que la pipette 43 plonge dans l'éprouvette 11; la pompe 53 agit de façon que la pipette prélève une quantité bien déterminée de l'échantillon contenu dans l'éprouvette 11. La translation 66 de bas en haut ramène la pipette 43 au-dessus de l'éprouvette 11 comme illustré 20 sur la figure 2.

La commande pas à pas de la plaque 2 amène ensuite l'éprouvette 12 en regard de la pipette 43; le contact de présence de l'éprouvette 12 commande la translation 66 de haut en bas de façon que la pipette 43 plonge dans l'éprouvette 12 et introduise dans cette éprouvette le prélèvement d'échantillon issu de 25 l'éprouvette 11. Après une translation 66 de bas en haut la pipette 43 revient en position haute au-dessus de l'éprouvette 12.

Tandis que la commande pas à pas entraîne la plaque de manière que l'éprouvette 13 prenne la place de l'éprouvette 12, le barillet est soumis à une rotation 68 qui amène la pipette 43 en regard du poste de vidange 100; à ce 30 niveau la pompe 53 est actionnée de façon à faire passer un jet d'air à travers la pipette 43, tandis que l'organe de séchage 101 envoit un jet d'air sur les parois externes de la pipette.

Au cours des rotations successive du barillet la pipette 43 passe successivement dans les récipients de lavage 102 à 107 chaque cycle de lavage consistant 35 en une aspiration par la pipette d'une certaine quantité de liquide lorsque le plateau 60 est en position basse, et en un rejet de ce liquide lorsque le plateau 60 est en position haute. La quantité de liquide de lavage aspirée par la pipette est toujours supérieure à la quantité d'échantillon qu'elle contenait préalablement. Lorsque la pipette 43 arrive au niveau des postes 108 et 110, elle 40 est traversée par un jet d'air intérieur et ses parois externes sont soumises à

un jet d'air extérieur issu des postes de séchage 109 et 111.

Après ces différents cycle de vidange, lavage, et séchage, la pipette est parfaitement propre, elle ne contient plus de résidus d'échantillon initial et elle est prête à effectuer une nouvelle dilution.

5 Une pipette mise en oeuvre dans une machine selon l'invention est avantageusement du type de celle illustrée par la figure 4. Une telle pipette est remarquable par le fait que son réservoir de liquide 74 est situé à sa partie inférieure,
alors que les pipettes habituellement connues ont un réservoir situé à leur
partie supérieure. Cette disposition permet de sécher plus efficacement la
10 pipette, la surface des parois internes étant ainsi réduite pour un volume
donné de liquide. On peut remarquer que la pipette 43 est assujettie contre le
plateau 60 par l'intermédiaire d'une rondelle 70 grâce à un ressort 71.

Bien entendu l'invention n'est pas limitée au mode de réalisation décrit et représentée. On pourra sans sortir du cadre de l'invention remplacer certains moyens par des moyens équivalents; à titre d'exemple on peut utiliser pour un même échantillon un nombre d'éprouvettes quelconque, un nombre de réactifs quelconque, l'essentiel étant d'utiliser pour chaque dilution un pipette parfaitement propre et sèche. Les différentes opérations de dilutions et d'introductions de réactifs sont avantageusement programmées.

## REVENDICATIONS

- l/ Machine pour l'éxécution d'analyses de laboratoire conforme au brevet principal comportant :
- une pluralité d'éprouvettes groupées en séries, chaque série correspondant à 5 un échantillon à analyser, lesdites éprouvettes étant disposées sur des supports soumis à une commande d'entraînement pas à pas, dont le pas correspond à l'intervalle entre éprouvettes.
  - une pluralité de seringues de délivrance de fluides ayant un piston à commande pneumatique, en regard desquelles défilent lesdites éprouvettes, la commande
- 10 pneumatique des seringues étant synchronisée avec la commande pas à pas,
   des moyens de dilution pour transférer le contenu d'une éprouvette dans
   l'éprouvette suivante.
  - caractérisée en ce que lesdits moyens de dilution comprennent un barillet supportant une pluralité de pipettes montées mobiles verticalement, et associées chacune
- 15 à une pompe la rotation du barillet, le mouvement des pipettes et la commande des pompe étant synchronisés avec ladite commande pas à pas, de manière à maintenir une pipette au-dessus du chemin de transfert des éprouvettes uniquement pendant le passage de deux éprouvettes successives d'une même série, et de manière à positionner ensuite ladite pipette successivement au niveau d'un poste
- 20 de vidange, d'au moins un poste de lavage, et d'au moins un poste de séchage.
  2/ Machine selon la revendication l, caractérisée par le fait qu'elle comporte un poste de séchage des parois internes des pipettes et un poste de séchage des parois externes de ces pipettes.
- 3/ Machine selon l'une des revendications précédentes, caractérisée par le fait 25 que les postes de lavage comportent des récipients contenant respectivement des liquides différents.
  - 4/ Machine selon la revendication 3, caractérisée par le fait que les niveaux des liquides dans les récipients de lavage sont différents.
- 5/ Machine selon l'une des revendications précédentes, caractérisée par le fait 30 qu'une pipette de dilution a son réservoir situé à sa partie inférieure.
  - 6/ Machine pour l'exécution d'analyses de laboratoire selon la revendication l, caractérisée par le fait que ledit barillet et les seringues de délivrance de fluides sont disposés de part et d'autre du chemin de transfert des éprouvettes.
- 7/ Machine selon l'une des revendications précédentes caractérisée par le fait 35 que lesdites seringues sont inclinées, le piston à commande pneumatique vers le bas, et l'aiguille reliée par un tuyau souple au corps de la seringue étant maintenue au-dessus du chemin de transfert.

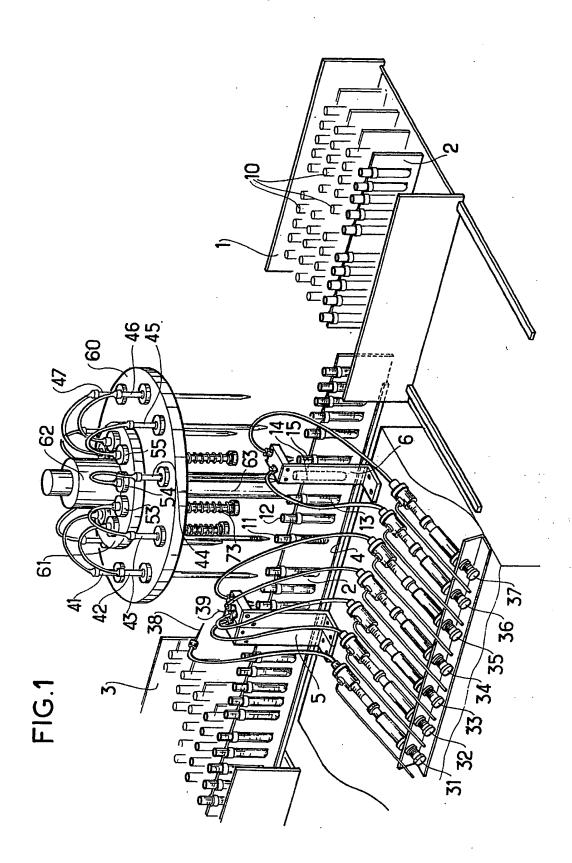


FIG.2

